

500.42821X00

IN THE UNITED STATES PATENT AND TRADEMARK OFFICE

Applicant(s): HIRAKU, et al.
Serial No.: Not assigned
Filed: June 30, 2003
Title: LIQUID CHROMATOGRAPH PUMP AND CONTROL METHOD
THEREFOR
Group: Not assigned

LETTER CLAIMING RIGHT OF PRIORITY

Mail Stop: Patent Application
Commissioner for Patents
P.O. Box 1450
Alexandria, VA 22313-1450

June 30, 2003

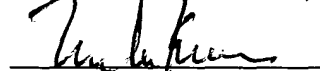
Sir:

Under the provisions of 35 USC 119 and 37 CFR 1.55, the applicant(s) hereby claim(s) the right of priority based on Japanese Application No.(s) 2002-303697 filed October 18, 2002.

A certified copy of said Japanese Application is attached.

Respectfully submitted,

ANTONELLI, TERRY, STOUT & KRAUS, LLP



Melvin Kraus
Registration No. 22,466

MK/amr
Attachment
(703) 312-6600

日 本 国 特 許 庁
JAPAN PATENT OFFICE

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出 願 年 月 日
Date of Application:

2002年10月18日

出 願 番 号
Application Number:

特願2002-303697

[ST.10/C]:

[JP 2002-303697]

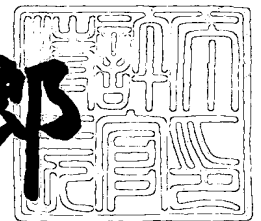
出 願 人
Applicant(s):

株式会社日立ハイテクノロジーズ

2003年 4月22日

特 許 庁 長 官
Commissioner,
Japan Patent Office

太田 信一郎



出証番号 出証特2003-3029534

【書類名】 特許願

【整理番号】 1502004951

【あて先】 特許庁長官 殿

【国際特許分類】 F04B 9/02

【発明者】

 【住所又は居所】 茨城県土浦市神立町 5 0 2 番地 株式会社 日立製作所
 機械研究所内

 【氏名】 平工 賢二

【発明者】

 【住所又は居所】 茨城県土浦市神立町 5 0 2 番地 株式会社 日立製作所
 機械研究所内

 【氏名】 高尾 邦彦

【発明者】

 【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛 8 8 2 番地 株式会社 日
 立ハイテクノロジーズ 設計・製造統括本部 那珂事業
 所内

 【氏名】 加地 弘典

【発明者】

 【住所又は居所】 茨城県ひたちなか市大字市毛 8 8 2 番地 株式会社 日
 立ハイテクノロジーズ 設計・製造統括本部 那珂事業
 所内

 【氏名】 伊藤 正人

【特許出願人】

 【識別番号】 501387839

 【氏名又は名称】 株式会社 日立ハイテクノロジーズ

【代理人】

 【識別番号】 100075096

 【弁理士】

 【氏名又は名称】 作田 康夫

【電話番号】 03-3212-1111

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 図面 1

【物件名】 要約書 1

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 液体クロマトグラフ用ポンプ及びその運転方法

【特許請求の範囲】

【請求項 1】

吸入通路と吐出通路に連通する加圧室と、前記加圧室内を往復動する第 1 及び第 2 のプランジャとを備え、前記第 1 のプランジャを前記吸入通路に近い上流側に配置し、前記第 2 のプランジャを前記吐出通路に近い下流側に配置した液体クロマトグラフ用ポンプであって、

前記第 1 及び第 2 のプランジャは各々別個のアクチュエータにより独立して駆動するよう構成し、前記第 1 のプランジャによる流量の最大値を前記第 2 のプランジャによる流量の最大値より大きくすると共に、前記第 1 のプランジャによる流量の最小値は前記第 2 のプランジャによる流量の最大値より小さくしたことを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 2】

吸入通路と吐出通路に連通する加圧室と、前記加圧室内を往復動する第 1 及び第 2 のプランジャとを備え、前記第 1 のプランジャを前記吸入通路に近い上流側に配置し、前記第 2 のプランジャを前記吐出通路に近い下流側に配置した液体クロマトグラフ用ポンプであって、

前記第 1 及び第 2 のプランジャは各々別個のアクチュエータにより独立して駆動するよう構成し、前記第 1 のプランジャの断面積と最大速度の積を前記第 2 のプランジャの断面積と最大速度の積より大きくすると共に、前記第 1 のプランジャの断面積と最小速度の積を前記第 2 のプランジャの断面積と最大速度の積より小さくしたことを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 3】

請求項 1 又は 2 に記載の液体クロマトグラフ用ポンプにおいて、前記加圧室は、吸入通路と中間通路に連通する第 1 の加圧室と、前記中間通路と前記吐出通路に連通する第 2 の加圧室とを備えて構成され、中間通路に吐出弁を備え、前記第 1 のプランジャは前記第 1 の加圧室内を往復動し、前記第 2 のプランジャは前記第 2 の加圧室内を往復動することを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 4】

請求項 1 又は 2 に記載の液体クロマトグラフ用ポンプにおいて、前記吐出通路の下流側にドレンバルブを設けるとともに、試験開始時は前記ドレンバルブを開放し、前記第 1 のプランジャにより大流量の送液を行い前記加圧室内に残留する気泡を排出しつつ下流側通路への溶媒液の充填を行い、その後に前記ドレンバルブを閉じ、前記第 2 のプランジャにより小流量の送液を行うことを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 5】

請求項 1 又は 2 に記載の液体クロマトグラフ用ポンプにおいて、前記加圧室を、吸入通路と中間通路に連通し、前記第 1 のプランジャを設けた第 1 の加圧室と、前記中間通路と前記吐出通路に連通し、前記第 2 のプランジャを設けた第 2 の加圧室とを備えて構成し、前記中間通路に吐出弁と、前記吐出通路の下流側にドレンバルブを設けるとともに、試験開始時は前記ドレンバルブを開放し、前記第 1 のプランジャにより大流量の送液を行い前記加圧室内に残留する気泡を排出しつつ下流側通路への溶媒液の充填を行い、その後に前記ドレンバルブを閉じ、前記第 2 のプランジャを前記第 2 の加圧室に低速で押し込むことにより小流量の送液を行い、前記第 2 のプランジャがフルストローク付近に到達したら、前記第 2 のプランジャを高速で引き戻し、引き戻しに同期して前記第 1 のプランジャを前記第 1 の加圧室に押し込むことにより前記吐出通路を通過する流量が常に一定になるように制御することを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 6】

請求項 5 に記載の液体クロマトグラフ用ポンプにおいて、前記第 2 のプランジャの一往復行程における押し込みに要する時間は、引き戻しに要する時間の少なくとも 10 倍以上とすることを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 7】

請求項 1 又は 2 に記載の液体クロマトグラフ用ポンプにおいて、前記第 2 のプランジャによる送液流量の範囲は概ね $0.1 \text{ nL/min} \sim 50 \mu\text{L/min}$ とすることを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプ。

【請求項 8】

液体クロマトグラフ用ポンプの運転方法において、前記液体クロマトグラフ用ポンプは第 1 の加圧室に設けた第 1 のプランジャと第 2 の加圧室に設けた第 2 のプランジャとをそれぞれ別個のアクチュエータにより独立して駆動するように構成され、前記第 1 のプランジャによる流量の最大値を前記第 2 のプランジャによる流量の最大値より大きくすると共に、前記第 1 のプランジャによる流量の最小値を前記第 2 のプランジャによる流量の最大値よりも小さくした液体クロマトグラフ用ポンプであって、試験開始時は前記第 2 の加圧室の下流側に設けられたドレンバルブを開放し、前記第 1 のプランジャにより大流量の送液を行い前記加圧室内に残留する気泡を排出しつつ下流側通路への溶媒液の充填を行い、その後に前記ドレンバルブを閉じ、前記第 2 のプランジャを前記第 2 の加圧室に低速で押し込むことにより小流量の送液を行い、前記第 2 のプランジャがフルストローク付近に到達したら、前記第 2 のプランジャを高速で引き戻し、引き戻しに同期して前記第 1 のプランジャを前記第 1 の加圧室に押し込むことにより前記第 2 の加圧室からの吐出通路を通過する流量が一定になるように制御することを特徴とする液体クロマトグラフ用ポンプの運転方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、液体クロマトグラフに係わり、特に低流量の送液を行うのに適した液体クロマトグラフ用ポンプに関する。

【0002】

【従来の技術】

従来、液体クロマトグラフ用ポンプには、第 1 プランジャ及び第 2 プランジャを独立にモータで駆動し、両プランジャの協調駆動により流量の脈動を低減する構成が知られていた（例えば、特許文献 1 参照）。

【0003】

これについて説明すると、第 1 プランジャが一往復する間に第 2 プランジャも一往復し、第 1 プランジャの吸入動作により発生する流量脈動を第 2 プランジャの動作により補正するようにしていた。すなわち第 1 プランジャが送液流量を決

定し、第 2 プランジヤは第 1 プランジヤの脈動補正用として使用する構成であった。

【 0 0 0 4 】

【特許文献 1 参照】

実開昭 6 3 - 3 6 6 6 8 号明細書（第 8 - 9 頁、第 1 図）。

【 0 0 0 5 】

【発明が解決しようとする課題】

しかしながら、上記従来技術の液体クロマトグラフ用ポンプでは、低流量の送液をすべく、モータの減速比を大きくしてプランジヤの速度を下げる、あるいはプランジヤの径、ストロークを減らした場合には、逆に大流量の送液ができなくなる。このため試験開始時にポンプ下流側の計測系統の通路内に溶媒液を充填するのに時間がかかる上、ポンプ内部に溜まった気泡の排出が困難であるという課題がある。気泡が排出されないとプランジヤが往復動しても気泡を圧縮・膨張させるだけで一向に流量が吐出されず、故に極低流量のポンプを構成するには不向きであるという課題があった。

本発明の目的は、極低流量の送液を安定して行うことが可能で、しかも試験開始時の溶媒液充填や気泡排出を短時間で完了することができる液体クロマトグラフ用ポンプを提供することにある。

【 0 0 0 6 】

【課題を解決するための手段】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプは、吸入通路と中間通路に連通する第 1 の加圧室と、第 1 の加圧室内を往復動する第 1 のプランジヤと、吸入通路に間挿された吸入弁と、中間通路に間挿された吐出弁と、吐出弁の下流側に形成され中間通路と吐出通路に連通する第 2 の加圧室と、第 2 の加圧室内を往復動する第 2 のプランジヤとを備えた液体クロマトグラフ用ポンプであって、第 1 及び第 2 のプランジヤは各々別個のアクチュエータにより独立して駆動するよう構成し、さらに第 1 のプランジヤによる流量の最大値を第 2 のプランジヤによる流量の最大値より大きくすると共に、第 1 のプランジヤによる流量の最小値は第 2 のプランジヤによる流量の最大値より小さくしている。すなわち第 1 のプランジヤの断面

積と最大速度の積を第 2 のプランジャの断面積と最大速度の積より大きくすると共に、第 1 のプランジャの断面積と最小速度の積を第 2 のプランジャの断面積と最大速度の積より小さくなるよう構成している。

また好ましくは、吐出通路の下流側にドレンバルブを設けるとともに、試験開始時はドレンバルブを開放し、第 1 のプランジャにより大流量の送液を行い加圧室内に残留する気泡を排出しつつ下流側通路への溶媒液の充填を行い、その後にドレンバルブを閉じ、第 2 のプランジャを第 2 の加圧室に低速で押し込むことにより小流量の送液を行い、第 2 のプランジャがフルストローク付近に到達したら、第 2 のプランジャを高速で引き戻し、引き戻しに同期して第 1 のプランジャを第 1 の加圧室に押し込むことにより吐出通路を通過する流量が常に一定になるように制御するようにしている。

さらに好ましくは、第 2 のプランジャの一往復行程における押し込みに要する時間は、引き戻しに要する時間の少なくとも 1 0 倍以上とするようにしている。

また好ましくは、第 2 のプランジャによる送液流量の範囲は概ね $0.1 \text{ nL} / \text{min} \sim 50 \mu \text{L} / \text{min}$ となるよう構成している。

【0007】

【発明の実施の形態】

本発明による実施例について、以下図面を参照して説明する。

【0008】

図 1 ～ 図 3 を用いて、本発明による一実施例の構成・動作を説明する。図 1 において、ポンプ本体 1 には、吸入通路 1 0、吐出通路 1 1、第 1 加圧室 1 2、第 2 加圧室 1 3 が形成されている。第 1 加圧室 1 2 及び第 2 加圧室 1 3 には、それぞれ加圧部材である第 1 プランジャ 2、第 2 プランジャ 3 が軸受 7、7' により摺動可能に保持されている。吸入通路 1 0 には吸入チェック弁 4 が、第 1 加圧室 1 2 と第 2 加圧室 1 3 とを連通する中間通路には吐出チェック弁 5 が設けられており、それぞればねにて一方向に保持され、溶媒液の流通方向を制限する逆止弁となっている。モータ 2 1 の回転は減速機構 2 2 により減速され、直動機構 2 3 により直線運動に変換されて第 1 プランジャ 2 を往復運動させる。同様に第 2 プランジャ 3 もモータ 2 1'、減速機構 2 2'、直動機構 2 3' からなるアクチュ

エータにより往復駆動される。シール 6、6' はそれぞれ第 1 加圧室 1 2、第 2 加圧室 1 3 からの液漏れを防止している。コントローラ 5 0 は圧力センサ 6 0 の信号に基づきモータ 2 1、2 1' に駆動信号を与える。

【0009】

溶媒液 5 1 は吸入通路 1 0 よりポンプ内部に吸引され、吐出通路 1 1 から吐出された後、インジェクタ 5 3 により分析対象となる試料が注入される。混合された溶液はカラム 5 4 に入り、成分毎に分離された後に検出器 5 5 で成分分析される。カラムには微小なシリカゲル粒が充填されており、ここを流れる際の流体抵抗によってポンプには 1 0 M P a 程度の負荷圧力が発生する。圧力の大きさはカラムの径と通過流量により変化する。

【0010】

以下、本実施例では第 1 プランジャ 2 とこれを駆動するアクチュエータを含む部分を大ポンプと称し、第 2 プランジャ 3 とこれを駆動するアクチュエータを含む部分を小ポンプと呼ぶことにする。

【0011】

次に、図 2 は液体クロマトグラフ用ポンプの流量範囲とその分類を示す図である。本発明ではセミマイクロより下の、マイクロ、ナノといった極低流量の送液を行う液体クロマトグラフ用ポンプを対象としている。図 2 に示す汎用ポンプの流量範囲の一例よりわかるように、モータの回転数範囲や回転精度等の制約上、最低流量と最大流量の比は一般に 1 0 0 倍程度しかとれない。したがって、マイクロ、ナノの領域に流量を設定すると、自ずと最大流量も小さくなってしまう。このため試験開始時にポンプ下流側の計測系統の通路内に溶媒液を充填するのに時間がかかる上、ポンプ内部に溜まった気泡が排出され難いという課題がある。特に加圧室内に気泡が残っているとプランジャが往復動しても気泡を圧縮・膨張させるだけで一向に流量が吐出されないか、著しく流量が低下してしまい精度のよい計測ができないという課題があった。

【0012】

そこで本発明では極低流量の送液は前記の第 2 プランジャの部分からなる小ポンプで行い、試験開始時の溶媒液充填や気泡排出には第 1 プランジャの部分から

なる大ポンプで行うよう構成したものである。

【 0 0 1 3 】

図 2 の構成例 1, 2 に示すように、小ポンプの流量範囲はマイクロ、ナノの領域をカバーできるよう設定し、一方、大ポンプの流量範囲はこれより大流量域に設定し、最大流量が汎用の領域に達するようなものとし、かつ最低流量は小ポンプの最大流量より小さくなるように設定する。すなわち両ポンプの流量範囲に重なりがあるようにする。なお、流量はプランジャの断面積と速度の積なので、プランジャの径やモータの回転速度、減速比などを変えることにより設定が可能である。

【 0 0 1 4 】

ここで、図 2 の横軸の総送液流量とは、あとで説明する高圧グラジエント運転時の総送液流量のことであり、グラジエント運転は数 1 0 ～ 1 0 0 段階程度に流量を変化させるので、ポンプが出し得る最小分解能の最低流量としてはもう一桁～二桁下になる。

【 0 0 1 5 】

以上の構成において、図 3 を用いて本発明の液体クロマトグラフ用ポンプの運転方法を説明する。図 3 は横軸時間に対し、上から第 1 プランジャ 2 変位、第 2 プランジャ 3 変位、圧力センサ 6 0 部圧力、大ポンプ流量、小ポンプ流量、吐出通路 1 1 を通過するトータル流量を示してある。

【 0 0 1 6 】

まず、試験の前段階としてポンプ内部の気泡を排出して溶媒液を充填する際は、排出弁 5 2 を開放し、第 1 プランジャ 2 を高速に往復動させることにより大流量での送液を行う。この際、上流側に大ポンプを配置しているので、下流側の第 2 加圧室内に溜まった気泡を容易に排出することが可能である。特に本実施例のポンプでは加圧室のシール部近傍から溶媒液を導入し、加圧室の先端から排出するように通路を構成することにより加圧室内のよどみをなくし、気泡が滞留し難いよう留意している。これにより汎用の液体クロマトグラフ用ポンプと同等の短時間で試験準備を完了することができる。なお、この間第 2 プランジャ 3 は静止しており、流量は図示のように間欠的になるが、このモードでの流量脈動は測定

精度には何ら影響しないので問題ない。

【 0 0 1 7 】

次に、定常運転に移る際は排出弁 5 2 を閉じ、第 2 プランジャ 3 を低速で第 2 加圧室 1 3 に押し込むことにより低流量の送液を行う。この間、第 1 プランジャ 2 は基本的に静止しており、小ポンプのみで送液を行う。続いて第 2 プランジャがフルストローク付近に達したら最大限高速で引き戻し、引き戻しに同期して第 1 プランジ 2 を第 1 加圧室に押し込むことにより流量の脈動をキャンセルし、トータル流量が常に一定になるように制御する。すなわち図の Q_1 と Q_2 の絶対値の和が Q_3 と等しくなるようにすれば、常に一定流量の送液を行うことができる。前記の図 2 において、小ポンプと大ポンプの流量範囲に重なりを持たせている理由は、このように互いの流量を相殺して流量脈動をなくすためである。大ポンプの最大流量は大きければ大きいほどよいが、最低流量を Q_1 と Q_2 の絶対値の和に合わせるという制約があるので、自ずと最大流量も抑えられる。そこで、第 2 プランジャをできるだけ早く戻して Q_2 を大きくすることにより、大ポンプの最低流量を大きくすることができるので、同時に最大流量も大きくすることができる。

【 0 0 1 8 】

なお、第 2 プランジャを押し込んでいる間、基本的に第 1 プランジャ 2 は静止しており、小ポンプのみで流量を発生させているが、最初に圧力を所定値の P_{set} に上げる際に第 1 プランジャを図示のように X_{ini} だけ変位させる方法が有効である。圧力を所定値まで上げるには流体の圧縮性やシールの変形のため、プランジャをある程度加圧室に押し込む必要があるが、第 2 プランジャ 3 は小流量に設定しているためプランジャ径が細いか、ストロークが短く設定されており、第 2 プランジャで P_{set} に昇圧しようとする、ストロークの多くの部分が昇圧だけで消費される上、昇圧するまでの時間も長くなる。このため、最初の昇圧は大ポンプで行ったほうが効率的であるといえる。

【 0 0 1 9 】

図 3 に示す運転方法では、第 1 プランジャは第 2 プランジャの戻り行程に合わせて数回の押し込みを行った後、フルストローク付近にまで到達したら、第 2 プラ

ンジャの押し込み行程中に下死点付近まで戻すという動作パターンである。この方法は加圧室 1 の圧力を長時間、加圧室 2 の圧力と同等の高圧に保つ構成であり、圧力が等しいので第 2 プランジャを引き戻す際の脈動補正がやり易いという特長がある。反面、加圧室 1 のデッドボリウムが大きくなるという課題があり、一般にデッドボリウムが大きいとグラジエント運転時の再現性が低下することが知られている。

【 0 0 2 0 】

そこで図 4 に示す運転方法は、第 1 プランジャのストロークを減らすことでデッドボリウムを減らし、第 2 プランジャが一往復する間に第 1 プランジャも一往復するよう構成にしたものである。ストロークは減るが、その分往復動の周期を短くすることができるので、起動時には図 3 と同等の大流量を得ることができる。この場合、第 1 加圧室 1 2 の圧力は第 1 プランジャが戻る吸入時は低下し、押し込み時は上昇するというパターンになるので、切り替えの際に第一加圧室 1 2 の圧力と第 2 加圧室 1 3 の圧力をほぼ等しくして流量の脈動が発生しないよう留意する必要がある。そこで、図 4 の実施例では、第 2 プランジャが戻り始めるより、わずかに早く第 1 プランジャの押し込みを始めることにより、第 2 プランジャが戻りはじめる時点では両加圧室の圧力がほぼ等しくなるようにしたものである。

【 0 0 2 1 】

次に、図 5 は本発明の液体クロマトグラフ用ポンプを 2 台使用して、高圧グラジエントシステムを構築した例である。グラジエント運転とは 2 種類の溶媒液 A , B の混合比を時間と共に階段状に変えていく運転方法のことであり、総送液流量 ($= Q_a + Q_b$) を同じにしながら、 Q_a と Q_b の比率を変えて試験を行う。

【 0 0 2 2 】

図 6 はグラジエント運転における各部の時間変化を示したもので、 $Q_a + Q_b$ を 100 で一定とすると、最初は $Q_a : Q_b = 1 : 99$ からスタートして、2 : 98、3 : 97、 \dots 、50 : 50、 \dots 、99 : 1 と混合比を変えていく。これは 100 段階のグラジエントの場合であり、総送液流量を $1 \mu L / min$ とすると最小流量及び分解能はこの $1 / 100$ の $10 nL / min$ が要求される。図

示のように一定流量を流していても、混合による流体の組成の変化によりカラムを通過する際の流体抵抗が変化し、ポンプの吐出圧力が最大 1.5 ～ 2 倍程度も変化することが知られている。このため圧力を一定に保持しようとする、逆に流量が変動してしまうことになる。

【 0 0 2 3 】

一方、混合比と圧力変動の関係は過去の実験データより予めわかっている、流量が一定である場合の圧力変動曲線は予測可能である。そこでこの圧力変動曲線の理論値を目標値とし、圧力センサ信号フィードバックによりポンプを駆動して実圧力を目標圧力に合わせれば、精度よく一定の総送液流量を得ることができる。具体的には図 5 の圧力センサ 6 0 a の信号をメインコントローラ 7 0 にフィードバックし、各ポンプのコントローラ 6 0、6 0' を制御して圧力を目標圧力に追従させる。なお、両ポンプの吐出通路はミキサー 5 7 を介して連通しているので、圧力はどの部分でもほぼ同じであり、圧力センサ 6 0 a、6 0 b のどちらの信号を使ってもよい。

【 0 0 2 4 】

このとき仮に目標圧力より実圧力が低い場合は総送液流量 ($= Q_a + Q_b$) が低下しているということなので、モータの回転数を上げて流量を増やすわけであるが、 Q_a 、 Q_b のどちらが低下しているのかは 1 個の圧力センサ情報からでは判別できない。実際には Q_a が低下しているのに Q_b が低下していると判断して補正を行えば、かえって混合比精度の悪化を招くことになる。これはグラジエント運転における相互干渉と呼ばれる問題である。

【 0 0 2 5 】

これを避けるために、本実施例では Q_a 、 Q_b が同じ割合で低下しているとして補正する。これは図示のように流量比に比例したフィードバックゲインを与えることにより実現できる。例えば $Q_a : Q_b$ の流量比を 20 : 80 で運転する場合の Q_a 、 Q_b のフィードバックゲインは、それぞれ $(20 / 100) \times K$ 、 $(80 / 100) \times K$ で与えられる。K は定数である。仮に総送液流量が 5 不足しているとし、比例制御を行うとすると、 Q_a 、 Q_b の指令値はそれぞれ $20 + (20 / 100) \times K \times 5$ 、 $80 + (80 / 100) \times K \times 5$ で与えられる。例え

ばKを1とすると、前者は21、後者は84となる。この方法によれば2個のポンプの固体差による混合精度の低下は避けられないものの、相互干渉の問題は避けられるので、これ以上の混合精度の低下を防ぐことができる。

【0026】

なお、吐出圧力が時間とともに変化しているので、両ポンプの第1加圧室の圧力もこれに合わせて変えてやる必要がある。特に、第1加圧室の圧力よりも圧力センサ60a、60b部の圧力が低くなる場合、吐出チェック弁が開いて第1加圧室内の溶媒液が第2加圧室に流れ込んでしまい、送液流量が増えてしまう。このため本実施例では両ポンプの第1加圧室に圧力センサ60a'、60b'を設け、この信号を各コントローラ50、50'にフィードバックして第1プランジヤを駆動し、第1加圧室内の圧力が圧力センサ60aで測定される吐出圧力と等しくなるよう制御している。

【0027】

以上により、送液安定性と混合精度に優れた高压グラジエントシステムを提供することができる。

【0028】

最後に図7は本発明の液体クロマトグラフ用ポンプのその他の一実施例であり、図1に示した液体クロマトグラフ用ポンプに対し、次の点が変更されている。

- ・吸入チェック弁をなくし、代りに吸入部に止弁58を設けた。
- ・吐出チェック弁5の位置を第2加圧室13の下流側に移動した。

【0029】

本ポンプは第2プランジヤ3により低流量の送液を行う構成であるが、第2プランジヤ3がフルストロークに達したら測定終了という1回押し切りのシリンジポンプを想定したものである。

【0030】

図8に本ポンプの運転方法の一例を示す。最初、第1プランジヤ2を上死点付近に、第2プランジヤ3を下死点付近にセットしておき、吸入部止弁58、排出弁52はいずれも開放しておく。この状態から第1プランジヤ2を引き戻すことにより溶媒液51を吸入する。吸入が終わったら吸入部止弁58を閉じ、第1プ

ランジャ 5 1 を第 1 加圧室 1 2 に押込んで大流量の送液を行い、気泡の排出と溶媒液の充填を行う。当然ながら第 1 プランジャの押しのけ容積は 1 回のストロークで下流側の測定系統に溶媒液を満すに十分な大容量のものとする。続いて定常運転に移る際は第 1 プランジャ 2 を X i n i だけ変位させ、吐出圧力を所定値の P s e t にまで昇圧する。昇圧後、第 1 プランジャ 2 を止め、第 2 プランジャ 3 を低速で第 2 加圧室 1 3 内に押し込むことにより、流量 Q 1 の低流量送液を行う。

【 0 0 3 1 】

本構成では第 2 プランジャ 3 をフルストロークさせた時点で測定は終了で引き戻しがないため脈動は元々ほとんど発生しない。また、吸入用止弁 5 8 により溶媒液を封止しているので、チェック弁に比べて漏れが大幅に少なく、プランジャが送った流量が極めて正確に吐出できるという特長がある。1 回のストロークで終了とはいえ、総送液量が $n L / m i n$ のナノ領域では 2 4 時間の連続運転も可能である。したがって、図 7 の液体クロマトグラフ用ポンプはナノクラスのより低流量の仕様を構築する際に特に有効であるといえる。

【 0 0 3 2 】

なお、このクラスの超低流量になるとアクチュエータはモータ＋直動機構でなくともよく、例えば圧電アクチュエータや、金属の熱膨張を利用して温度制御により変位を制御するようなアクチュエータでも適用可能である。

【 0 0 3 3 】

また本実施例では 1 つのポンプ本体に 2 つの加圧室を構成して通路で接続したが、ポンプヘッドを別々に設け、両者を配管で接続することによりシステムを構成してもよい。これによりポンプの分解がし易くなり、シール交換などのメンテナンス作業が容易になる。機器のレイアウト性が向上するなどの利点が見られる。

【 0 0 3 4 】

【発明の効果】

本発明によれば、低脈動かつ気泡排出性に優れた安定送液を極めて低流量にて実現可能にしつつ、しかも試験開始時の溶媒液充填や気泡排出を短時間で完了す

ることができる液体クロマトグラフ用ポンプを提供することができる。

【図面の簡単な説明】

【図 1】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプの一実施例を示す縦断面図。

【図 2】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプの流量範囲を示す図。

【図 3】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプの駆動方法の一例を示す図。

【図 4】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプの駆動方法の一例を示す図。

【図 5】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプを用いたシステム構成の一例を示す図。

【図 6】

本発明の液体クロマトグラフ用ポンプの駆動方法の一例を示す図。

【図 7】

本発明の液体クロマトグラフのその他の一実施例を示す縦断面図。

【図 8】

本発明の液体クロマトグラフの駆動方法の一例を示す図。

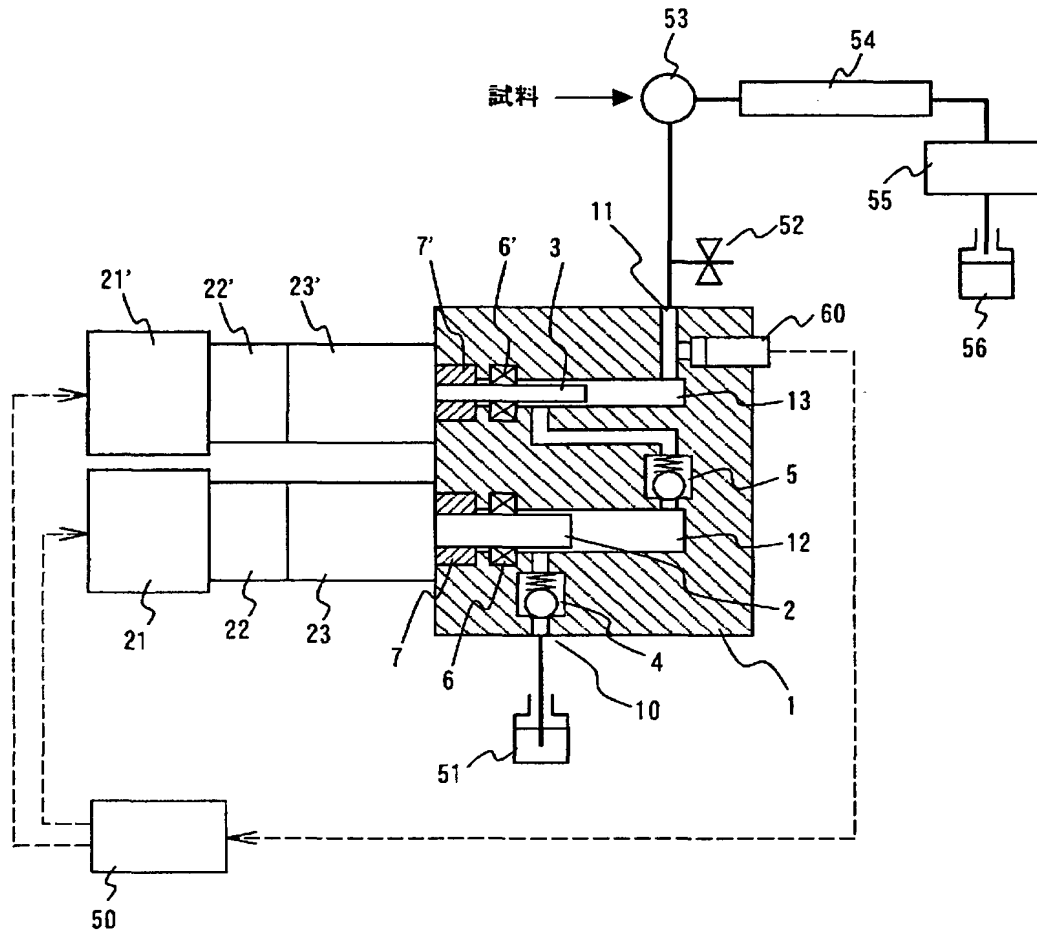
【符号の説明】

1 …ポンプ本体、2 …第 1 プランジャ、3 …第 2 プランジャ、4 …吸入チェック弁、5 …吐出チェック弁、6 …シール、7 …軸受、10 …吸入通路、11 …吐出通路、12 …第 1 加圧室、13 …第 2 加圧室、21 …モータ、22 …減速機構、23 …直動機構、50 …コントローラ、51 …溶媒液、52 …排出弁、53 …インジェクタ、54 …カラム、55 …検出器、56 …回収容器、57 …ミキサー、58 …吸入部止弁、60 …圧力センサ、70 …上位コントローラ。

【書類名】 図面

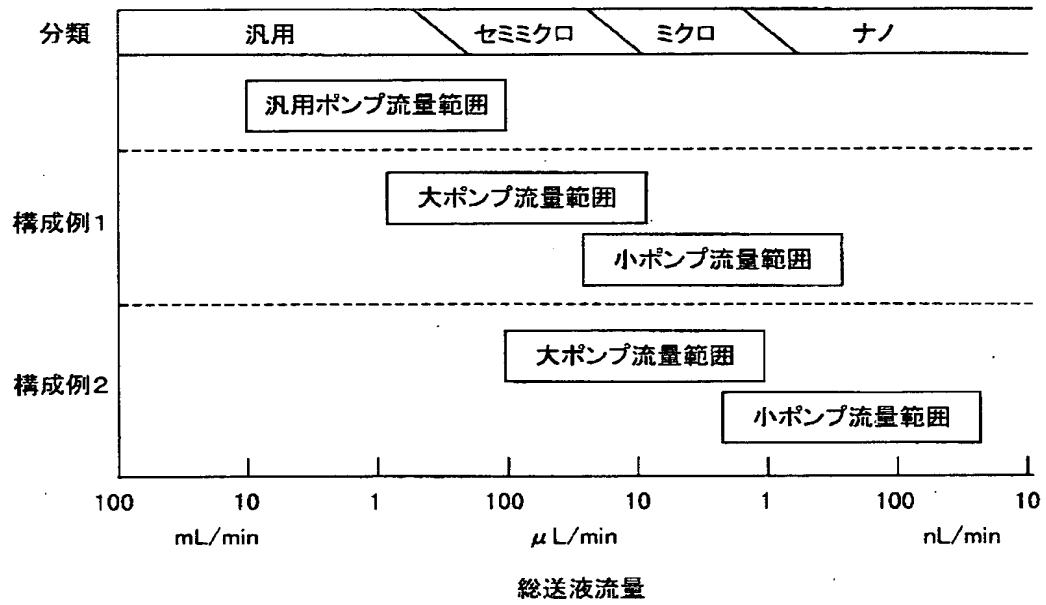
【図 1】

図 1



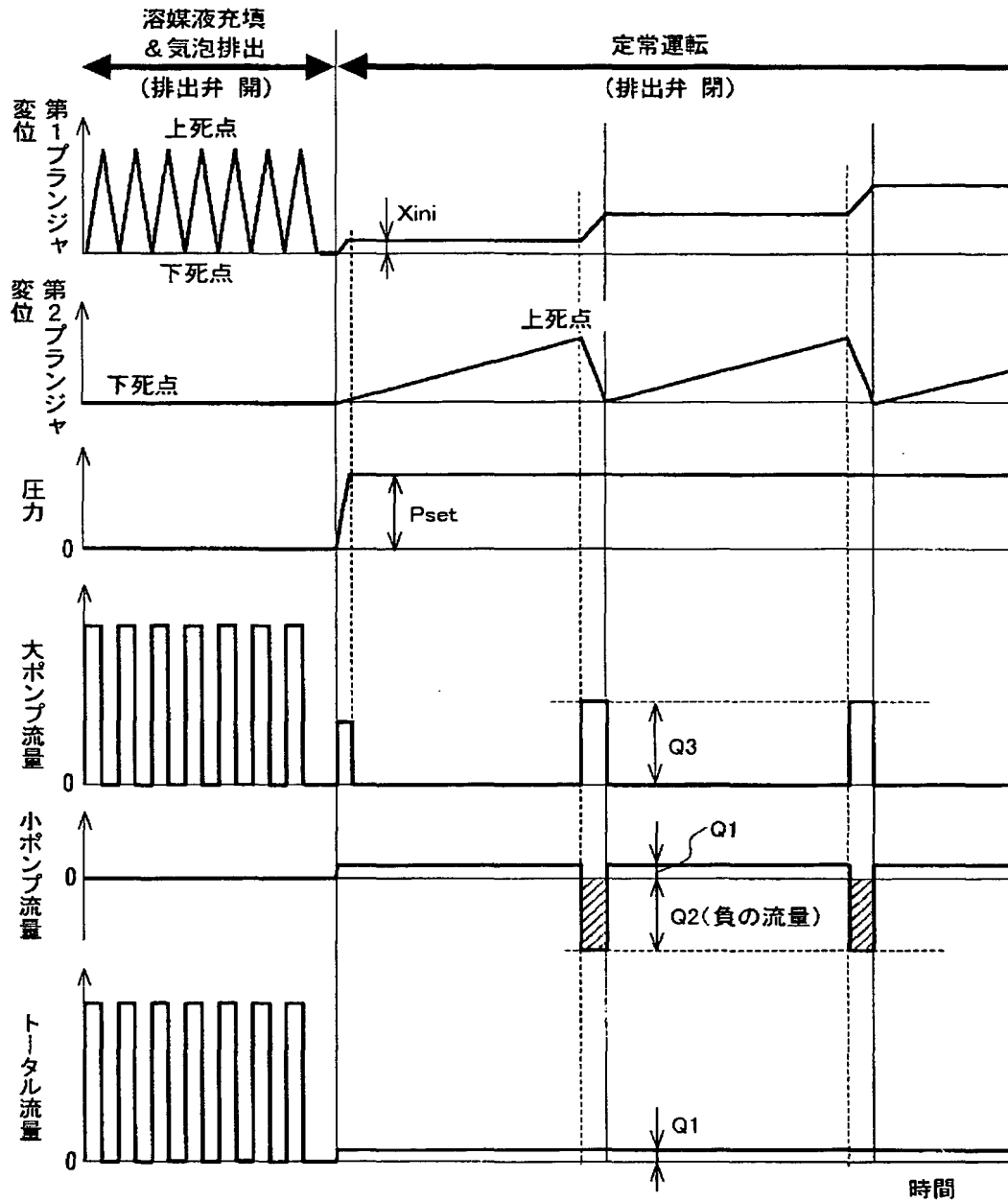
【図 2】

図 2



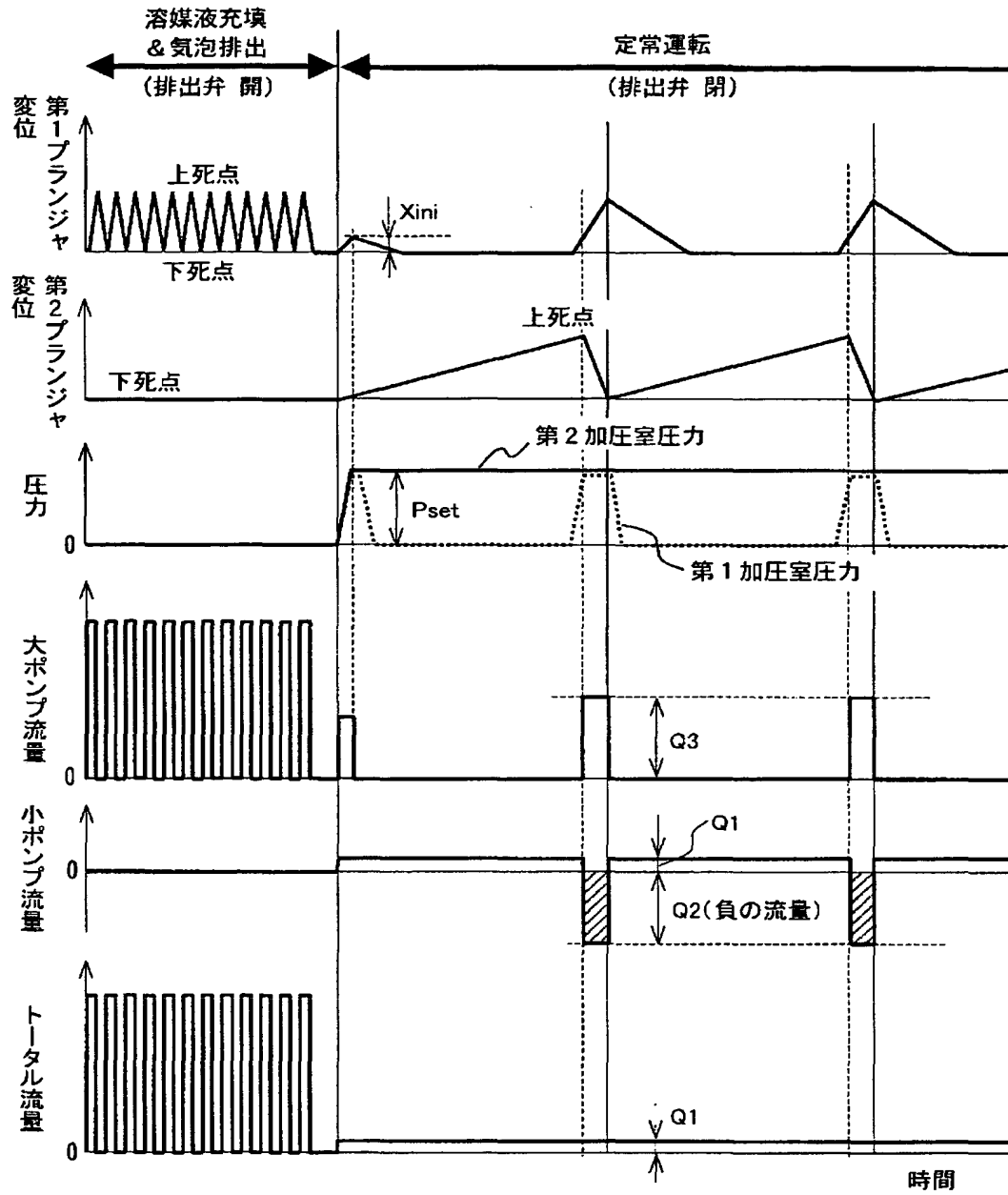
【図 3】

図 3



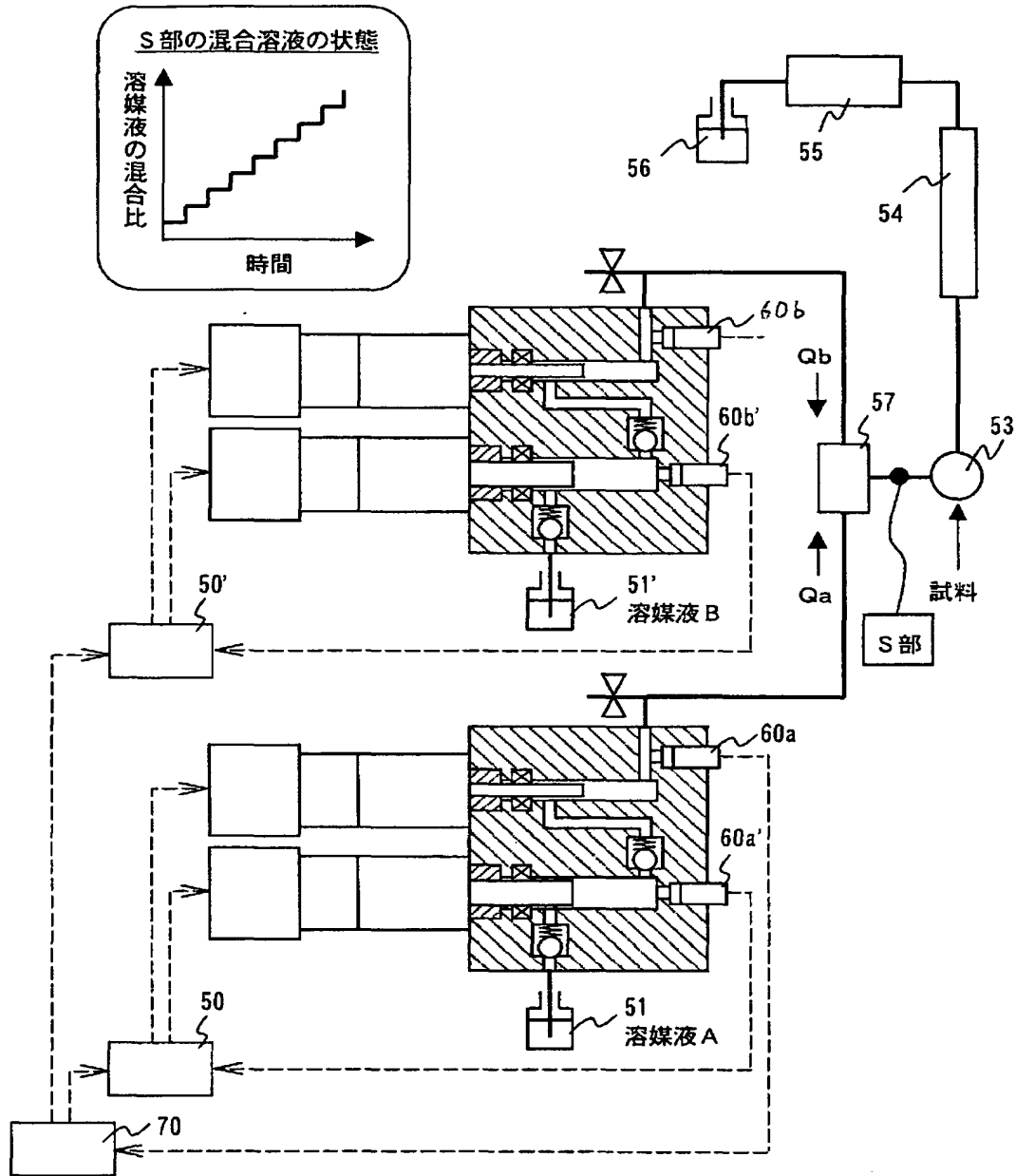
【図4】

図4



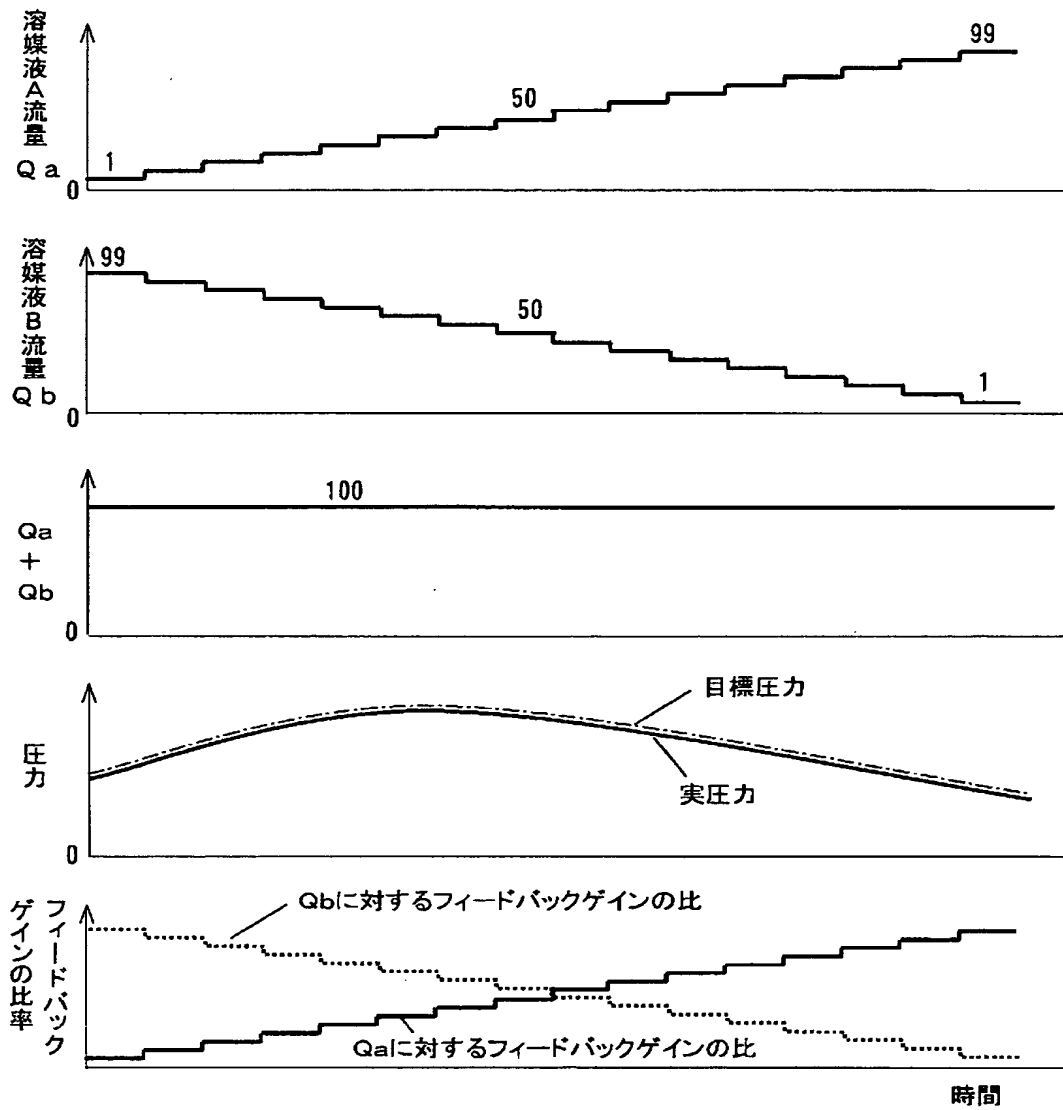
【図 5】

図 5



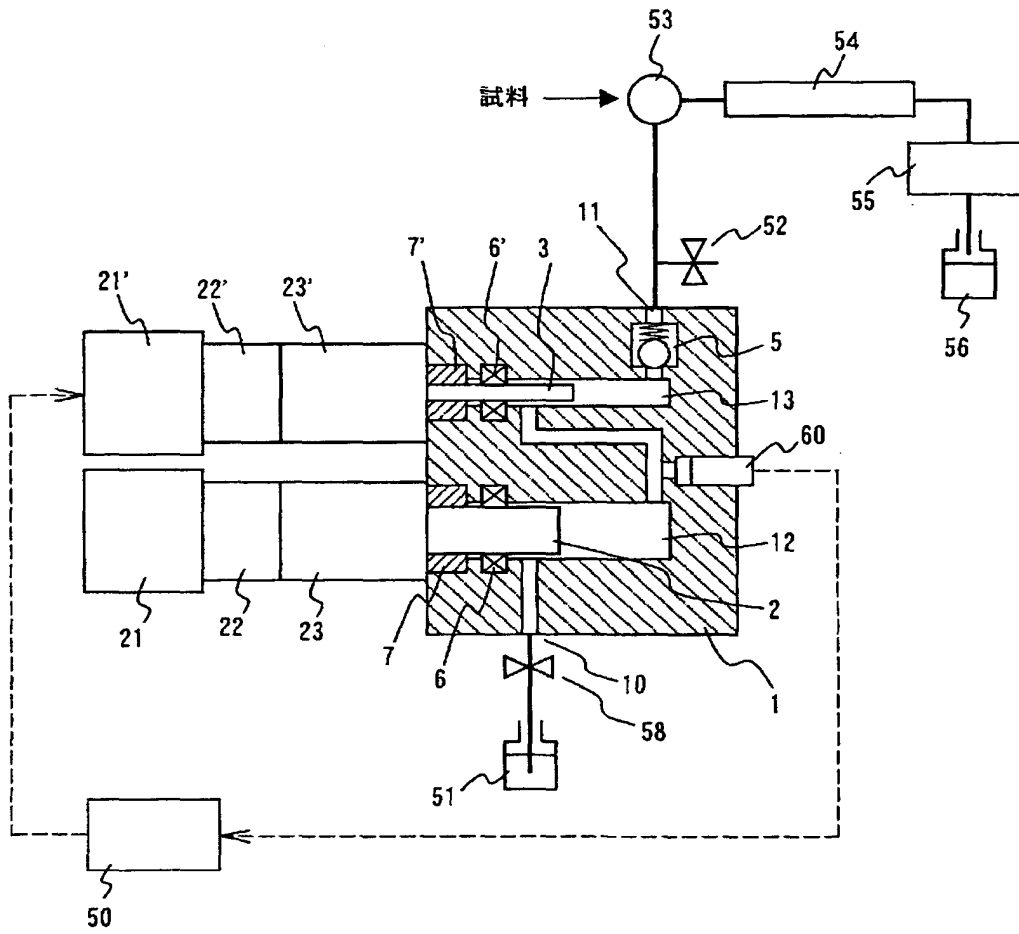
【図 6】

図 6



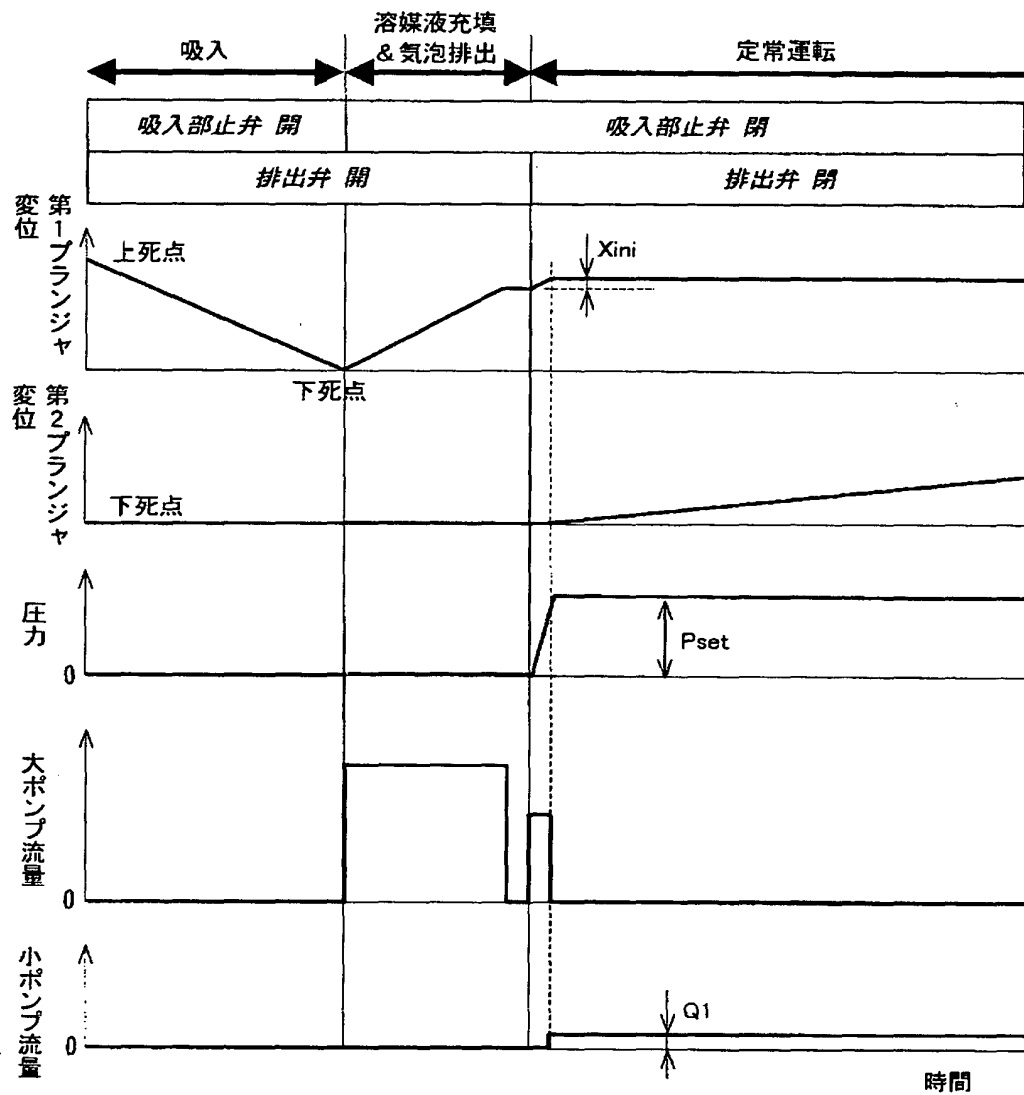
【図 7】

図 7



【図 8】

図 8



【書類名】 要約書

【要約】

【課題】

極低流量での安定送液と起動時の気泡排出性に優れる液体クロマトグラフ用ポンプを提供する。

【解決手段】

起動時は第1プランジャ2により大流量を送液してポンプ内部の気泡排出と溶媒液充填を短時間で行い、定常運転時は第1プランジャ2を止め、第2プランジャ3を低速で第2加圧室13に押込んで低流量の送液を行う。第2プランジャ3がフルストロークに達したら高速で引き戻すのと同期して第1プランジャ2を第1加圧室12に押し込むことにより、吐出通路11を通過する流量が常に一定になるようコントローラ50により制御する。

【選択図】 図1

認定・付加情報

特許出願の番号	特願2002-303697
受付番号	50201567845
書類名	特許願
担当官	神田 美恵 7397
作成日	平成14年11月29日

<認定情報・付加情報>

【提出日】	平成14年10月18日
-------	-------------

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [501387839]

1. 変更年月日	2001年10月 3日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都港区西新橋一丁目24番14号
氏 名	株式会社日立ハイテクノロジーズ